

REC'D 14 JAN 2000

PCT/JP 99/06418

日本国特許庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

JP 99/6418  
EJU

17.11.99

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application:

1999年 1月 4日

5 / Priority  
Doc.  
E. Willis  
4-3-02

出願番号  
Application Number:

平成11年特許願第000098号

出願人  
Applicant(s):

株式会社日立製作所

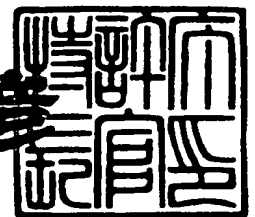
## PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

1999年12月24日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

近藤 隆彦



出証番号 出証特平11-3089712

【書類名】 特許願

【整理番号】 1198019451

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 H01J 37/26  
H01J 49/44

【発明の名称】 元素マッピング装置及び、元素マッピング装置を備えた  
走査透過型電子顕微鏡

【請求項の数】 11

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号  
株式会社 日立製作所 日立研究所内

【氏名】 上田 和浩

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号  
株式会社 日立製作所 日立研究所内

【氏名】 木本 浩司

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号  
株式会社 日立製作所 日立研究所内

【氏名】 青山 隆

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県ひたちなか市大字市毛882番地  
株式会社 日立製作所 計測器事業部内

【氏名】 田谷 俊陸

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県ひたちなか市大字市毛882番地  
株式会社 日立製作所 計測器事業部内

【氏名】 砂子沢 成人

【特許出願人】

【識別番号】 000005108

【氏名又は名称】 株式会社 日立製作所

【代理人】

【識別番号】 100068504

【弁理士】

【氏名又は名称】 小川 勝男

【電話番号】 03-3212-1111

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013088

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 元素マッピング装置及び、元素マッピング装置を備えた走査透過型電子顕微鏡

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

電子線のエネルギー分光を行う電子分光部と、前記電子分光部により分光された前記電子線の一部または全部を検出する電子線検出部と、元素のコアロスエネルギーまたは元素に特徴的なプラズモンロスエネルギーのデータベースを記憶する記憶部と、前記電子線検出部の出力と前記記憶部の出力とに基づいて計算する演算装置と、前記演算装置の計算結果を表示する画像表示装置とを有し、前記電子線検出部が 2 チャンネル以上で構成されることを特徴とする元素マッピング装置。

【請求項 2】

請求項 1 記載の元素マッピング装置と、電子線を発生させる電子線源と、前記電子線の走査を制御する走査部と、試料に前記電子線を収束させる対物レンズとを備えた走査透過型電子顕微鏡とを有することを特徴とする元素マッピング装置を備えた走査透過型電子顕微鏡。

【請求項 3】

測定領域と測定元素を指定する処理と、  
指定された元素のコアロスエネルギーのデータを前記記憶部から得る処理と、  
指定された元素のコアロススペクトルを測定する処理と、  
測定装置固有のゲインを補正する処理と、  
前記コアロススペクトルをコアロスピーク前後の電子線強度で除算し、得られた演算結果を表示することを特徴とする元素マッピング方法。

【請求項 4】

請求項 2 において、測定領域の指定により、前記電子分光部と前記電子線検出部をゼロロス電子線が検出されるように走査透過型電子顕微鏡の光学系を調整する調整部と有し、

指定された測定領域を走査しながら、電子線強度を測定し、前記演算装置を用

いて、前記電子線検出部固有のゲインを補正し、前記電子線強度検出部で得られた電子線強度をゼロロスピーク強度で除算し、得られた演算結果を前記画像表示装置に表示することを特徴とする元素マッピング装置を備えた走査透過型電子顕微鏡。

【請求項 5】

請求項 2 において、

前記電子線検出部が 3 チャンネル以上で構成され、

測定領域と測定元素を指定することにより、指定された元素のコアロスエネルギーのデータを前記記憶部から得たのち、前記電子分光部と前記電子線検出部を前記コアロスエネルギーの前記電子線が検出されるように走査透過型電子顕微鏡の電子光学系を制御し、前記電子線検出部を用いて前記元素のコアロススペクトルを測定し、前記電子線検出部の少なくとも 2 チャンネルがコアロスピークの前に位置するように調整し、前記走査部で前記電子線を指定された測定領域を走査しながら、前記電子線検出部で電子線強度を測定し、前記演算装置を用いて、前記電子線検出部固有のバックグラウンドとゲインを補正し、前記コアロスピーク前の電子線強度分布から、前記コアロスピークのバックグラウンド強度を演算し、前記コアロスピークの電子線強度と演算で得られたバックグラウンド強度の差分を前記画像表示装置に表示することを特徴とする元素マッピング装置を備えた走査透過型電子顕微鏡。

【請求項 6】

請求項 2 において、

測定領域と測定元素が指定されると、指定された元素に特徴的なプラズモンロスエネルギーのデータを前記記憶部から得たのち、前記電子分光部と前記電子線検出部を前記プラズモンロスエネルギーの前記電子線が検出されるように走査透過型電子顕微鏡の電子光学系を制御し、指定された測定領域内を前記電子線により走査しながら、前記電子線検出部で電子線強度を測定し、得られた電子線強度を前記画像表示装置に表示することを特徴とする元素マッピング装置を備えた走査透過型電子顕微鏡。

【請求項 7】

請求項 2 において、

2 次電子検出部、または Z コントラスト検出部、または蛍光 X 線検出部とを備え、

前記電子分光部と前記電子線検出部をゼロロス電子線が検出されるように走査透過型電子顕微鏡の電子光学系を制御し、

電子線を走査しながら、前記電子線検出部を用いてゼロロス電子線の強度と、前記 2 次電子検出部を用いて 2 次電子強度とを、または前記 Z コントラスト検出部を用いて Z コントラスト電子線強度とを、または前記蛍光 X 線検出部を用い蛍光 X 線強度とを測定し、

前記演算装置を用いて、前記 2 次電子強度、または Z コントラスト電子線強度、または前記蛍光 X 線強度を前記ゼロロス電子線の強度で除算した演算結果を前記画像表示装置に表示することを特徴とする元素マッピング装置を備えた走査透過型電子顕微鏡。

【請求項 8】

請求項 1 記載の元素マッピング装置において、

電子分光部、電子線エネルギー損失スペクトルの拡大レンズのどちらか一方、または両方が永久磁石で構成されていることを特徴とする元素マッピング装置。

【請求項 9】

請求項 8 記載の元素マッピング装置において、

電子線エネルギー損失スペクトルのフォーカスが、電子線分光部と電子線検出部の間にあり、しかも X 方向、Y 方向とも同じ場所でフォーカスしていることを特徴とする元素マッピング装置。

【請求項 10】

請求項 1 記載の元素マッピング装置において、

拡大レンズが永久磁石レンズと電磁レンズで構成されていることを特徴とする元素マッピング装置。

【請求項 11】

請求項 1 記載の元素マッピング装置において

電子線エネルギー損失スペクトルの倍率が固定であることを特徴とする元素マッピング装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は元素マッピング装置および、走査透過型電子顕微鏡に関する発明である。

【0002】

【従来の技術】

半導体デバイスや磁気ヘッド素子の微細化、小型化により、素子はサブミクロン程度の領域に数NM（ナノメートル）の薄膜を積層した構造となっている。このような微小領域の構造、元素分布、結晶構造は、半導体素子や磁気ヘッド素子の特性を大きく左右するようになっているため、微小領域を分析することは重要である。

【0003】

微小領域の観察方法としては、走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope：SEM）、透過型電子顕微鏡（Transmission Electron Microscope：TEM）、走査透過型電子顕微鏡（Scanning Transmission Electron Microscope：STEM）がある。ナノメートルレベルの空間分解能を有しているのはTEMとSTEMである。TEMは試料にほぼ平行に電子線を照射し、透過した電子線をレンズなどで拡大する装置である。一方STEMは微小領域に電子線を収束し、電子線を試料上で2次元に走査しながら、透過した電子線の強度を測定し、2次元画像を取得する装置である。

【0004】

TEMおよびSTEMで検出する透過電子の強度は、電子が透過した部分の平均原子番号と相関がある。このため原子番号が近い、クロム（Cr）、マンガン（Mn）、鉄（Fe）、コバルト（Co）、ニッケル（Ni）、銅（Cu）の薄膜や、平均原子番号が近いシリコン酸化膜とシリコン窒化膜などは識別することができない。

## 【0005】

金属膜の場合、蛍光X線分析を用いて2次元像を取得することで、Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cuの識別は可能であるが、検出できる蛍光X線強度が弱いため2次元像を得るには長い測定時間が必要となる。蛍光X線分析は軽元素分析に適していないため、シリコン酸化膜とシリコン窒化膜などの識別は困難である。

## 【0006】

これら問題を解決する分析方法として電子分光器により透過電子をエネルギー分析する電子エネルギー損失分光法 (Electron Energy Loss Spectroscopy: EELS) がある。電子は試料を透過する際に、試料を構成する元素(電子構造)固有のエネルギー損失が生ずることから、元素固有のエネルギー損失した電子で2次元像をつくることにより、TEM/STEM像では識別することができなかったシリコンの酸化膜や窒化膜を識別することができる。これらはSTEMとパラレル検出型の電子エネルギー損失分光器 (Parallel detection Electron Energy Loss Spectrometer: PEELS) を組み合わせた方法により、広く用いられている。

## 【0007】

PEELSは扇型の磁場セクターを電子分光器とし、その前後に4重極電磁レンズと6重極電磁レンズを配置し、最下流にパラレル検出器を持つ構造としている。4重極電磁レンズはEELSスペクトルのフォーカスの調整と、EELSスペクトルの拡大に用いる。6重極電磁レンズは検出器に投影されるEELSスペクトルの収差を低減するために用いる。4重極電磁レンズで拡大したEELSスペクトルをパラレル検出器に投影し、広い範囲の電子エネルギー損失スペクトルを測定する。

## 【0008】

PEELSの構造に関する先行技術としては、例えば、米国特許第4,743,756号公報、特開平7-21966号公報、特開平7-21967号公報、特開平7-29544号公報等がある。



【 0 0 0 9 】

【 発明が解決しようとする課題 】

従来の P E E L S と S T E M を組み合わせた分析装置では、ユーザーが ( 1 ) 測定場所の指定 → ( 2 ) 元素の指定 → ( 3 ) 電子線のエネルギー強度分布を電子線検出部で測定し → ( 4 ) 検出部のバックグラウンド補正とゲインを補正し → ( 5 ) バックグラウンド領域の指定 → ( 6 ) パワーローモデル ( $I = A^* E x p [-r]$ ) 等のバックグラウンドフィッティング関数を指定 → ( 7 ) シグナル強度の積分領域の指定 → ( 8 ) 測定場所での指定元素のシグナル強度を前記画像表示装置に表示する → ( 1 ) の繰り返し操作を全ての測定点で行う必要があり、2次元像を得るには多大な時間が必要となり実時間で元素分布像が得ることは、困難である。また、全ての測定点で E E L S スペクトルを測定した後、( 2 ) ~ ( 7 ) の指定をユーザーが行い、2次元像を得る方法も考えられる。この方法の場合では測定データが膨大な量になる上、実時間で元素分布像が得られない。

【 0 0 1 0 】

以上のように実時間で元素分布像が得られない場合、更に次のような課題がある。

【 0 0 1 1 】

( A ) 例えば、シリコンの酸化膜と窒化膜の界面の分析を行うような場合に、T E M / S T E M 像で視野確認を行うため、分析領域 ( 酸化膜と窒化膜の界面 ) が識別できない。このため E E L S スペクトルを測定し、解析で元素分布像を得るまで、分析領域に計測したい領域が含まれているか判定ができない。

【 0 0 1 2 】

( B ) 例えば、分析領域の 2 次元像を得るには、E E L S スペクトルの測定と各測定点で前述した ( 1 ) ~ ( 8 ) の操作が必要となり、測定と解析に多くの時間が必要なので、数多くの試料を測定する検査のような作業には向かない。

【 0 0 1 3 】

以上の課題を解決するためには実時間で元素分布像を得ることが不可欠である。

【0014】

更に、従来のPEELSとSTEMを組み合わせた分析装置では、広い範囲のEELSスペクトルから、詳細なEELSスペクトルまでを測定できるように、4重極の電磁レンズを用いてスペクトルの倍率を可変にしている。

【0015】

PEELSとSTEMを組み合わせた分析装置で元素分布像を取得する場合、電磁レンズや電子分光器の電源の安定性は $5 \times 10^{-6}$ 程度である。ここで、STEMの加速電圧は100kV～200kVであることから、EELSスペクトルの安定性は0.5～1eVとなる。PEELSにおいて元素分布像を得る場合、0.2～0.4 eV/チャンネルで測定するため、測定中にEELSスペクトルが数チャンネル分だけ、ドリフトすることになる。したがって、従来のPEELSとSTEMを組み合わせた分析装置で実時間でEELSスペクトルを処理しようとしても、EELSスペクトルのドリフトのため困難であるという課題がある。

【0016】

また、従来のPEELSは、複数の4重極電磁レンズ、6重極電磁レンズ、電子分光器などで電磁石を多数用いているため重く、複雑な構造になっている。

【0017】

PEELS本体以外にも電磁石の電源、ACノイズ除去装置、冷却装置などの装置も必要となり措置構成も複雑で、高価な装置となっている。

【0018】

また、従来の冷陰極電界放出型のSTEMは測定の途中で電子線源の輝度が増大するチップノイズという装置上の技術課題がある。チップノイズによって、測定中に2次電子強度や、Zコントラスト強度、蛍光X線強度、PEELS強度が増大するため、測定領域の強度の増大が、チップノイズの影響のためなのか、シグナル強度が増大したためか区別がつかないといった課題がある。

【0019】

以上のようにPEELSとSTEMを組み合わせた分析装置で実時間で元素分布像を取得することは困難である。

【0020】

本発明の目的は、PEELSとSTEMを組み合わせた分析装置で実時間で元素分布像を取得可能な装置および方法を提供することにある。

【0021】

また、本発明の他の目的は、PEELS及び／またはSTEMに関する分析装置の操作性を向上することにある。

【0022】

また、本発明の他の目的は、EELSスペクトルのエネルギー安定性の高い装置を提供することにある。

【0023】

また、本発明の他の目的は、これと走査透過型電子顕微鏡を組み合わせ、EELSスペクトルを測定すると同時に元素分布像や、チップノイズの影響の少ない電子顕微鏡像が得られる元素マッピング装置用エネルギーフィルタおよび、これを備えた軽量の透過型電子顕微鏡を提供することにある。

【0024】

【課題を解決するための手段】

本発明の特徴は、電子線を発生させる電子線源と、電子線を走査する走査部と、試料に電子線を収束させる対物レンズと、電子線のエネルギー分光する電子分光部と、電子分光部により分光された電子線の一部または全部を検出する電子線検出部を備えた走査透過型電子顕微鏡において、少なくとも電子線検出部により検出された電子線強度を用いて計算する演算装置を有し、電子線を走査部を用いて走査すると同時に又は並行して、演算装置の計算結果を画像表示装置に表示することを特徴とする。

【0025】

また、本発明の特徴は、ユーザー（操作者）が、（1）測定場所の指定→（2）元素の指定→（3）電子線のエネルギー強度分布を電子線検出部で測定し→（4）検出部のバックグラウンド補正とゲインを補正し→（5）バックグラウンド領域の指定→（6）パワーローモデル（ $I = A * \exp[-r]$ ）等のバックグラウンドフィッティング関数を指定→（7）シグナル強度の積分領域の指定→（8）測

定場所での指定元素のシグナル強度を画像表示装置に表示する→(1)を繰り返すという作業を、測定場所、測定元素毎に行い元素分布像を得ていた操作を、ユーザー（操作者）が、(1)測定領域の指定→(2)元素の指定を行うことで、他の処理を装置側で実行することにある。これにより、指定元素の元素分布像を実時間で得られることを特徴とする。更に、これにより、操作性の向上・測定時間の短縮が可能となる。

#### 【0026】

本発明の他の特徴は、電子線を発生させる電子線源と、電子線を走査する走査部と、試料に電子線を収束させる対物レンズと、電子線のエネルギー分光する電子分光部と、電子分光部により分光された電子線の一部または全部を検出する電子線検出部を備えた、走査透過型電子顕微鏡において、少なくとも電子線検出部により検出された電子線強度を用いて計算する演算装置を有し、演算装置の計算結果を画像表示装置を備え、電子線分光部により形成された電子線エネルギー損失スペクトル（EELSスペクトル）と検出部の間に、少なくとも1つ以上の永久磁石によるレンズを備えたことを特徴とする。また、本発明の特徴は、電子分光部が永久磁石で構成されていることである。

#### 【0027】

永久磁石を用いた磁石レンズの磁場安定性は $1 \times 10^{-8}$ 程度と電磁石を用いたレンズの磁場安定性（ $5 \times 10^{-6}$ ）と比較して2桁以上安定している。永久磁石を電子分光部、及びレンズとして用いることにより、EELSスペクトルのドリフトを元素分布像測定条件で0.1チャンネル以下に低減可能となる。

#### 【0028】

これにより、走査透過型電子顕微鏡は元素のコアロスエネルギーのデータベースを有し、電子線検出部が2チャンネル以上で構成され、指定した元素のコアロスエネルギーをデータベースから得たのち、電子分光部と電子線検出部をコアロスエネルギーの電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、走査部で電子線を走査すると同時に、指定元素のコアロスエネルギーの直前と直後の電子線強度を電子線検出部で少なくとも各1チャンネルを用いて測定し、演算装置を用いて、電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、コアロ

スエネルギー直後の電子線強度をコアロスエネルギー直前の電子線強度で除算し、得られた演算結果を実時間で画像表示装置にすることが可能となる。

## 【0029】

また、本発明の特徴は、走査透過型電子顕微鏡は元素のコアロスエネルギーのデータベースを有し、電子線検出部が3チャンネル以上で構成され、指定した元素のコアロスエネルギーをデータベースから得たのち、電子分光部と電子線検出部をコアロスエネルギーの電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、走査部で電子線を走査すると同時に、指定元素のコアロスエネルギーの直前の電子線強度を電子線検出部の少なくとも2チャンネルを用いて測定し、コアロスエネルギー直後の電子線強度を電子線検出部の少なくとも1チャンネルを用いて測定することである。演算装置は電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、コアロスエネルギー直前の電子線強度分布から、パワーローモデル ( $I = A^* \exp[-r]$ ) 等に基づいて、コアロスエネルギー直後の電子線強度のバックグラウンドを演算し、コアロスエネルギー直後の電子線強度の補正を自動的に行い、得られた演算結果を実時間で画像表示装置にするコアロス元素マッピングが可能となる。

## 【0030】

さらに、走査透過型電子顕微鏡は各元素に特徴的なプラズモンロスエネルギーのデータベースを有し、指定した元素のプラズモンロスエネルギーをデータベースから得たのち、電子分光部と電子線検出部をプラズモンロスエネルギーの電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、走査部で電子線を走査すると同時に、指定元素のプラズモンロスエネルギーの電子線強度を電子線検出部で測定し、演算装置を用いて、電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、得られた演算結果を実時間で画像表示装置にすることも可能となる。

また、電子線検出部が2チャンネル以上で構成され、2つ以上の元素のプラズモンロスエネルギーの電子線強度を電子線検出部のそれぞれのチャンネルで測定し、演算装置を用いて、電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、電子線検出部の各チャンネルの演算結果を実時間で画像表示装置に、指定した色の濃淡で表示することで、特定の元素に関係したコントラストを強調する、

コントラストチューニング像を表示することも可能となる。

【0031】

また、電子線検出部が2チャンネル以上で構成され、電子分光部と電子線検出部をゼロロス電子線とプラズモンロスエネルギーの電子線が検出されるように電子光学系を自動的（例えば、装置側が、処理プログラムに基づいて処理することを言う。）に調整し、走査部で電子線を走査すると同時に、電子線検出部の少なくとも1チャンネルを用いてゼロロス電子線の強度を測定し、プラズモンロスエネルギーの電子線強度を電子線検出部少なくとも1チャンネルとは異なる少なくとも1チャンネルで測定し、演算装置を用いて、電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、ゼロロス電子線強度でプラズモンロスエネルギーの電子線強度を除算した演算結果を実時間で画像表示装置にすることにより、試料の膜厚マッピングも可能となる。ここで、電子線検出部固有のバックグラウンド、ゲイン補正について、次に説明する。電子線検出器は電子線が検出器に入らない状態でも検出器自身の電子の熱振動などによるバックグラウンドがある。また複数個のチャンネルで構成される検出器は個々のチャンネルにより感度（ゲイン）が異なる。この2つを補正するのが電子線検出部固有のバックグラウンド、ゲイン補正である。方法は以下の通りである。まず、バックグラウンド補正は、電子線が検出器に入らないようにした状態で、電子線検出器で測定される強度をバックグラウンドとして演算装置の記録装置に保存する。元素分布像測定時に得られた電子線強度と先に保存したバックグラウンド強度の差分を電子線強度とする補正である。さらに、ゲイン補正は、ゼロロスを測定しながら、ドリフトチューブに交流を重ねし、検出器全体に均一の電子線強度が入る様にする。電子線検出器で電子線強度を測定する。検出した全電子線強度をチャンネル数で除算し、1チャンネル当たりの平均電子線量を求める。平均電子線強度を各チャンネルで測定された電子線強度で除算し得られた係数を各チャンネルのゲイン補正值として演算装置の記録装置に保存する。元素分布像測定時に各チャンネルで得られた電子線強度に、先に保存した各チャンネルのゲイン補正值を積算し、得られた強度を電子線強度とする補正である。

## 【0032】

また、走査透過型電子顕微鏡は2次電子検出部、またはZコントラスト検出部、または蛍光X線検出部を備え、電子分光部と電子線検出部を用いてゼロロス電子線の強度と、2次電子強度または、Zコントラスト電子線強度、または蛍光X線強度を同時に測定し、演算装置を用いて、電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、2次電子強度、またはZコントラスト電子線強度、または蛍光X線強度をゼロロス電子線強度で除算することで、チップノイズを除去した2次伝電子像、Zコントラスト像、または蛍光X線像を実時間で画像表示装置にすることが可能となる。ここで、Zコントラスト強度について説明する。数百keVに加速した電子線を原子レベルの太さに収束して試料に入射すると、電子線は試料を構成する原子により様々な方向に散乱される。その角度と強度は原子番号に依存する原子散乱能によって決まるので、母材原子中に異原子が存在すると、その原子列からの散乱強度が他の原子列からのそれらと異なってくる。従って、試料上における電子線の走査と同期させて各位置における散乱電子線強度を測定すれば、原子種に依存したコントラストを有する2次元像が得られる。コントラストはおおよそ原子番号の2/3乗に比例する。また、電子顕微鏡では50mrad以上広角に散乱された電子線強度から像を得ている。このコントラストの強度をZコントラスト強度と表現している。更に詳細については、例えば、文献：S.J.Pennycook and D.E.Jesson: Ultramicroscopy 37(1991) 14-38にて示される。

## 【0033】

EELSスペクトルのフォーカスが、電子線分光部と電子線検出部の間にあり、X方向、Y方向とも同じ場所でフォーカスしていることを特徴とし、EELSスペクトルと検出部の間に拡大磁場レンズを有し、EELSスペクトルを拡大磁場レンズでX方向とY方向の倍率を等しく拡大し、電子線検出部に投影することで、拡大投影されたEELSスペクトルの収差歪を低く押さえることが可能となる。

## 【0034】

拡大磁場レンズは拡大のための永久磁石レンズとフォーカスをEELSスペク

トルの結像された領域に合わせるための電磁レンズかで構成されているため、EELSスペクトルの倍率が固定となる。

【0035】

従来は、エネルギー分散（倍率）を変える必要から、電磁石レンズを用いていた。本願発明によれば、エネルギー分散（倍率）を固定できることから、磁場安定性の高い永久磁石レンズを用いることができる。これにより、本発明はEELSスペクトルの倍率が固定されるため、4重極電磁レンズを用いた装置と比較して、広い範囲のEELSスペクトルは分割して測定する処理が必要となる。しかし、永久磁石を用いることにより、レンズ光学系の調整が不要となるという効果がある。また、永久磁石の磁場安定性からEELSスペクトルのドリフトが小さくなるため、EELSスペクトルの自動測定や自動演算が可能となる。また永久磁石レンズは電磁レンズと比較して、安価で軽量な上、配線や電源、冷却機構が必要ないため、装置構造の簡略化、装置の小型・軽量化、低価格化が可能となる。

各部の処理・機能は、各部毎に回路装置を用いてハードウェアとして実現しても良いし、マイクロプロセッサ、パーソナルコンピュータ、ワークステーション等の演算回路装置を用いて、ソフトウェアとして実現しても良い。

【0036】

【発明の実施の形態】

以下、図面を参照して、本発明の実施の形態を説明する。

【0037】

図1は、本発明の実施例による元素マッピング装置用エネルギーフィルタを備えた走査透過型電子顕微鏡（本書では、電顕とも称す。）の主要部分の概略構成図である。図1（a）は正面図、図1（b）は図1（a）を電子線源1の方向から見た図（上面図）である。本図では、電子線源1からZコントラスト検出器までを、電顕本体として記載している。電顕本体には、図示しないが、電顕として機能するための電子線の走査を制御するための構成等を含んでいる。また、6重極電磁レンズ14から電子線検出器13までの部分を元素マッピング装置用エネルギーフィルタとして記載している。演算装置23への信号と演算装置23からの信号は、信号線103を経由して伝送される。演算装置23には、図示したキ



ーボードなどの入力装置及びデータベース24, 画像表示装置25が接続される。元素マッピング装置とは、演算装置23, 信号線103, 入力装置及びデータベース24, 画像表示装置25を含む構成を言うが、これらに元素マッピング装置用エネルギーフィルタを含んだ構成を言う場合もある。

## 【0038】

電子線源1は、例えば、冷陰極電界放出型の電子線源を用いることができる。電子線源1で発生した電子線2は、電子線走査コイル3で偏向される。偏向された電子線2は、対物レンズ上部磁場4により試料5面で収束し、対物レンズ下部磁場6直後に走査物点7を形成する。この走査物点7は電子線2を電子線走査コイル3を用いて試料面上を走査しても動かない。

## 【0039】

試料で回折した電子線は結像レンズ8前に像物点9を形成する。この像物点9は電子線2を走査すると動くが、像物点9に形成されている透過電子(TEM)像は動かない。通常のPEELSはこの像物点9を結像レンズ8で物点10に結び、仮想光源としてEELSスペクトルを測定している。本実施例では走査物点7を結像レンズ8で物点10に結像して仮想光源とした。PEELS測定では光源位置が移動すると電子分光装置11の収差条件が変化するため、エネルギー安定度の高い測定には向かないためである。

## 【0040】

この物点10を仮想光源とした電子線は、下流に設置された、扇型の電子分光装置11に入射する。電子分光装置11を構成している永久磁石の磁場は図1の紙面に垂直な磁場空間を形成する。電子分光装置11に入射した電子線は90°偏向されると共に、エネルギー分光され、エネルギー分散面12にフォーカスする。本実施例ではエネルギー分散面12は電子分光装置11と電子線検出器13の間にあり、しかもエネルギー分散(X)方向、Y方向とも同じ場所にフォーカスしている(ダブルフォーカス)。また、エネルギー分散面12上に形成されるスペクトルは電子分光装置11固有の収差をもつ(図3参照)。

## 【0041】

図3は、電子線検出器13上に形成されたEELSスペクトル18の2次元像

である。図 3 (a) は中心に来た電子線とその電子線より  $\pm 100 \text{ eV}$  のエネルギーの電子線の検出器上にどのような形状で投影されるかを示している。図 3 (b) は損失エネルギー  $0 \text{ eV}$ ,  $100 \text{ eV}$ ,  $200 \text{ eV}$  の電子線が検出器上にどのように投影されるかを示している。図 3 に見られる広がり  $\gamma$  フォーカスと装置の 2 次収差の影響で形成された 2 次収差像 26 である。この収差は電子分光装置 11 より上流に配置した 6 重極電磁レンズ 14 を用いて補正する。

#### 【0042】

本実施例では、エネルギー分散面 12 上に形成されるスペクトルは電子分光装置 11 の電子線の回転半径が  $100 \text{ mm}$  の場合、 $1 \text{ eV}/\mu\text{m}$  程度になる。これを拡大磁場レンズ 15 で 100 倍に拡大する。このとき拡大磁場レンズ 15 のフォーカス位置をエネルギー分散面 12 と一致させるためにフォーカス調整用電磁レンズ 16 の磁場を調整する。これにより、電子線検出器 13 上に投影される EELS スペクトル 18 は  $0.01 \text{ eV}/\mu\text{m}$  となる。 $25 \mu\text{m}/\text{チャンネル}$  のマルチチャンネルプレートアレイを電子線検出器 13 として用いれば  $0.25 \text{ eV}/\text{チャンネル}$  となる。検出器は 1024 チャンネルで構成されているので、フルレンジで  $250 \text{ eV}$  程度となる。

#### 【0043】

本実施例の 6 重極電磁レンズ 14、電子分光装置 11 と拡大磁場レンズ 15、フォーカス調整用電磁レンズ 16、電子線検出器 13 からなる部分を元素マッピング装置用エネルギーフィルタと呼ぶ。元素マッピング装置用エネルギーフィルタは、ゼロロス電子線が電子線検出器 13 中央に来るように構成する。コアロス電子線のように  $250 \text{ eV}$  以上ロスした電子線の強度は、電子分光装置 11 内部に設置した加速管 19 で電子線を加速して測定する。 $500 \text{ eV}$  ロスした電子線の強度を測定する場合加速管に  $500 \text{ V}$  を印加しロス電子を加速する。これにより、測定したいロス電子線を検出器 13 中央に持ってくる事ができる。

#### 【0044】

前述の元素マッピング装置エネルギーフィルタは、拡大磁場レンズ 15 に永久磁石を用いた構造のため、電磁石の配線、電磁レンズの冷却機構などが不要となり、構造が簡略化でき、装置重量も軽量化できる。また、電磁石を用いた部分が

、2収差除去用の6重極電磁レンズ14と拡大レンズのフォーカス用の電磁レンズ16のため、電源安定性の影響が少ない。

【0045】

元素マッピングを実時間で行う場合に必要な条件は、エネルギー損失ピークが見えることと、測定中同じエネルギーロスした電子線は電子線検出器の同じ場所にフォーカスすることである。そのため、6重極電磁レンズ14の条件が変化しても測定にはほとんど影響を与えない。また拡大レンズのフォーカス調整用電磁レンズ16の磁場が $\pm 5 \times 10^{-6}$ 程度変化しても、フォーカス位置の変動が1  $\mu\text{m}$ 程度、倍率が $\pm 5 \times 10^{-4}$ 程度変化する程度なので、測定には影響を与えない。

【0046】

これまで述べた実施例は永久磁石を用いた元素マッピング装置用エネルギーフィルタを備えた走査透過型電子顕微鏡の例である。次に、本実施例を用いた実時間元素マッピング方法の実施例を述べる。

【0047】

図2を用いて、元素マッピング像を得るための処理の一例を示す。

【0048】

従来、ユーザーが(1)分析元素を選択→(2)電子線ロスエネルギーを調べる→(3)PEELS装置のドリフトチューブの電圧調整→(4)スペクトル確認→(5)分析領域の指定→(6)電子線損失エネルギー強度分布測定→(7)検出手段のバックグラウンド補正、ゲイン補正→(8)バックグラウンド領域の指定→(9)パワーローモデル( $I = A^* \text{Exp}[-r]$ )等のバックグラウンドフィッティング関数を指定→(10)シグナル強度の積分領域の指定→(11)測定場所での指定元素のシグナル強度を画像表示装置に表示する→(1)、の処理を繰り返して、測定場所、測定元素毎に行い元素分布像を得ていた。

【0049】

本発明の実施例では、操作者は(1)元素の指定する処理201→(4)スペクトル確認処理204→(5)測定領域の指定する処理である分析領域の指定処理205に参与すれば良く、その他の処理は、(2)電子線ロスエネルギーを調

べる→(3)PEELS装置のドリフトチューブの電圧調整→(6)電子線損失エネルギー強度分布測定→(7)検出手段のバックグラウンド補正,ゲイン補正→(8)バックグラウンド領域の指定→(9)パワーローモデル( $I = A^* \exp[-r]$ )等のバックグラウンドフィッティング関数を指定→(10)シグナル強度の積分領域の指定→(11)測定場所での指定元素のシグナル強度を画像表示装置に表示する→(1)、の処理を演算装置23の制御下で、電子顕微鏡本体と元素マッピング装置用エネルギーフィルタを制御して、測定処理を、測定場所及び/または測定元素毎に繰り返して実行するので、指定元素の元素分布像を実時間で得られる。

【0050】

言い換えれば、図2で一例を示すように、(1)分析元素を選択する処理である分析元素を指定する処理201, (2)電子線ロスエネルギーを調べる処理であるEELSテーブルを調べる処理202, (3)ドリフトチューブの電圧調整を行う処理であるドリフトチューブの電圧調整処理203, (4)スペクトル確認する処理であるスペクトル確認処理204, (5)分析領域の指定する処理である分析領域の指定処理205が行われる。

【0051】

更に、(6)電子線損失エネルギー強度分布を測定するための測定処理206は、次の処理207乃至処理210を繰り返して実行される。まず、スペクトルを取得する処理であるスペクトル取得処理207, スペクトル取得処理206には、電子線検出器13のバックグラウンド補正,ゲインを補正する処理を含んでも良い。(8)バックグラウンド補正208では、バックグラウンド領域の指定とバックグラウンドフィッティング関数を指定する処理を行う。

【0052】

強度の差分を計算する処理209では、シグナル強度の積分領域の指定を行う。測定ポイントが全て測定されたか否かで測定完了を判定する測定完了判定処理210が行われ、完了していない場合(図中のNO)は、処理207へ戻る。完了している場合(図中のYES)は、測定処理206の結果に基づいて、(11)指定された測定場所での指定元素のシグナル強度を画像表示装置に表示する元素

マッピング像表示処理 211 を行う。

### 【0053】

従来の PEELS において、EELS スペクトルのエネルギー安定性が  $\pm 5 \times 10^{-6}$  程度であったため、測定中にエネルギー損失ピークの位置が電子線検出器 13 としての  $25 \mu\text{m}$ /チャンネルのマルチチャンネルプレートアレイ上で数チャンネルドリフトする。前述の本実施例を用いれば、EELS スペクトルのエネルギー安定性が  $\pm 1 \times 10^{-8}$  程度となるため、測定中のエネルギー損失ピークのドリフトが電子線検出器 13 の 1 チャンネル以内に押さえることが可能となる。

図 4 に、コアロス電子の EELS スペクトルの形状を示す。コアロス電子とは、電子線が原子の内殻電子を励起することで、元素固有のエネルギーを失った電子のことである。

### 【0054】

図 4 (a) に示すように、コアロスピーク 27 の直前（プレウィンドウ 28）と直後（ポストウィンドウ 29）の範囲をそれぞれ 1 ウィンドウとしてコアロススペクトルを測定する場合（2 ウィンドウ法）、ウィンドウの幅と 2 ウィンドウ間のエネルギー幅を決める必要がある。本実施例は、図 1 のデータベース 24 上にこれらの情報を保有することでこの測定操作の自動化を図っている。従来の PEELS では測定の度に、電子光学系が変化することによるスペクトルのエネルギー安定性の悪さが原因で、仮に同様のデータベースを持ったとしても、ユーザーがスペクトルを見てウィンドウの位置と幅を決定する必要があったため、測定の自動化が困難である。

### 【0055】

データベース 24 は、各元素に対応した、コアロスエネルギー（eV）とウィンドウ幅（チャンネル数）、ウィンドウの間隔（チャンネル数）の条件をデータとして保持し、ユーザーが測定元素を指定することで、加速管 19 にコアロスエネルギーに相当する電圧を印加し、データベース 24 の与えるウィンドウ幅とウィンドウの間隔を電子線検出器 13 に当てはめる。2 ウィンドウから得られた電子線強度は演算装置 23 で電子線検出器 13 固有のバックグラウンドとゲインを補正したのち、2 ウィンドウの強度比を計算して画像表示装置 25 に表示する。

。この場合、演算装置 23 から制御信号 101 を信号線 103 を介して電子顕微鏡本体部へ出力することにより、電子線走査コイル 3 と連動して、処理を行うことにより、実時間で元素分布像を取得する。この方法は短い演算時間でバックグラウンドの影響の無い元素分布像が得れる。

## 【0056】

図 4 (b) を用いて 3 ウィンドウ法を説明する。図 3 を用いて説明した 2 ウィンドウ法同様、データベース 24 は、コアロスエネルギー (eV) とウィンドウ幅 (チャンネル数)、ウィンドウの間隔 (チャンネル数) の条件データを保持し、ユーザーが測定元素を指定することで、加速管 19 にコアロスエネルギーに相当する電圧を印加する。データベース 24 の与えるウィンドウ幅とウィンドウの間隔とのデータを電子線検出器 13 に当てはめて (図 4 (b) 参照)、EELS スペクトルを測定し、検出器固有のバックグラウンドとゲインを補正する。コアロスより低エネルギー側の 2 ウィンドウ (プレ 1 ウィンドウ 30, プレ 2 ウィンドウ 31) の電子線強度をパワーローモデル ( $I = A^* \exp[-r]$ ) に従って演算し、コアロスより高エネルギー側の 1 ウィンドウのバックグラウンド 32 を演算する。ココアロスより高エネルギー側のポストウィンドウ 29 の電子線強度から演算したバックグラウンド 32 を引いた結果を画像表示装置 25 に表示する。この作業を、演算装置 23 からの制御信号 101 が信号線 103 を介して、電子顕微鏡本体に送られ、電子顕微鏡本体の電子線走査コイル 3 を制御することにより、連動して行われる。また、演算装置 23 からの制御信号 102 が信号線 103 を介して元素マッピング装置用のエネルギーフィルタへ送られ、光学系の制御やドリフトチューブの制御が行われる。これにより、操作者の介在を小さくできるので、実時間で元素分布像の取得が可能となる。

## 【0057】

この方法は定量的な元素分布像が得られる利点がある。定量化には得られたコアロス強度をゼロロス強度と、試料の膜厚で補正する必要がある。後で述べるように、本実施例はゼロロス強度の測定、試料の膜厚分布像の測定をコアロス強度測定と同時にできるため、1 点に必要な計測時間を 2 倍程度にすることで、ゼロロス強度の測定、膜厚分布の測定を行い、これらの補正を演算装置 23 で行い、

定量化した元素分布像を取得することが可能である。

#### 【0058】

データーベース 24 に含まれるコアロスピーク 27 の情報の例としては、鉄 (Fe) の場合、EL2 : 721 eV, EL3 : 708 eV, 2 ウィンドウ法 : W1 : 50 チャンネル,  $\Delta W$  : 4 チャンネル, W2 : 50 チャンネル, 3 ウィンドウ法 : W1 : 25 チャンネル,  $\Delta W$  12 : 0 チャンネル, W2 : 25 チャンネル,  $\Delta W$  23 : 2 チャンネル, W3 : 50 チャンネルである。ウィンドウの幅 (W) と間隔 ( $\Delta W$ ) はチャンネル数の代わりにエネルギー幅でも良い。

#### 【0059】

次に図 5 を用いて、コントラストチューニング像の取得方法について説明する。シリコンに関連したプラズモンロスピーク 34, 窒化シリコンに関連したプラズモンロスピーク 35, 酸化シリコンに関連したプラズモンロスピーク 36 のように、物質毎に異なったプラズモンロスエネルギーをもつ場合がある。プラズモンロスのピーク幅は狭く、2~5 eV 程度なので、電子線検出器上では 8~20 チャンネル程度となる。各物質のプラズモンピークのエネルギー差が小さいため、従来の PEELS では含まれる物質が増減したのか、EELS スペクトルがドリフトしたのか区別がつかなかった。本実施例は EELS スペクトルのドリフトが小さいため、ピークの移動が物質の増減を原因とすることとなるので、コントラストチューニングによる物質の区別が可能となった。

#### 【0060】

シリコン、窒化シリコン、酸化シリコンのプラズモンロスピークの場合、それぞれ 17 eV, 19 eV, 23 eV である。データーベースには、プラズモンピーク :  $E_{Si}$  : 17 eV, W : 10 チャンネル  $E_{SiN}$  : 19 eV, W : 10 チャンネル,  $E_{SiO}$  : 23 eV, W : 10 チャンネルと登録しておく。ウィンドウの幅 (W) はチャンネル数の代わりにエネルギー幅でも良い。

#### 【0061】

本実施例では、最初にコントラストチューニング法を選択する。次に、検出元素を指定する、例えば、シリコン、窒化シリコン、酸化シリコンである。このとき、表示色も選択する (シリコンウィンドウ 38 からの強度は赤、窒化シリコン

ウィンドウ 39 からの強度は青、酸化シリコンウィンドウ 40 からの強度は緑など)。データベースからシリコン、窒化シリコン、酸化シリコンのプラズモンピーク的位置を検索した後、電子分光装置 11 の加速管 22 の電圧を測定元素の中央値に設定する。次にプラズモンピーク測定ウィンドウ幅を位置に対応する検出器のチャンネル位置から測定領域のウィンドウ幅を決める。

## 【0062】

各チャンネルで測定された電子線強度を電子線検出器 13 固有のバックグラウンドとゲイン補正を行った後、指定したウィンドウの範囲で積算する。得られた電子線強度を各ウィンドウのチャンネル数で割り 1 チャンネル当たりの平均電子線強度とする。この電子線強度を先ほど指定した色の濃淡で画像表示装置上に表示する。この作業を、電子線走査コイル 3 と連動して自動的に行うことで、実時間でコントラストチューニング像を取得することが可能となった。

## 【0063】

コントラストチューニング像を得るとき、ゼロロス強度 37 も同時に測定し、この電子線強度で前述の平均電子線強度を除算することにより、入射電子線強度の変化を補正したコントラストチューニング像も取得可能となる。

## 【0064】

また、プラズモンロスピーク 33 全体を 1 つのプラズモンウィンドウ 41 として、ゼロロスピーク 37 にゼロロスウィンドウ 42 を設定すると、ゼロロス強度 + プラズモン強度 (測定した全電子線強度) でプラズモンロスした電子線強度を割ることにより、試料の膜厚に関連した値が得られる。この作業を、電子線走査コイル 3 と連動して自動的に行うことで、実時間で膜厚マッピング像が取得可能となる。

## 【0065】

膜厚マッピングは重要で、元素分布の定量化には欠かせない情報である。本実施例は加速管 19 の電圧を変えることでコアロス像と膜厚マッピング像を同時に取得できるので、定量的な元素マッピング像が演算装置 23 での演算で容易に得ることができる。すなわち、コアロス強度は試料の膜厚と測定領域内の元素量と電子線散乱能の積になる。電子線散乱能は元素固有の定数なので、元素量を求



めるには、得られたコアロス強度を膜厚で割る必要がある。測定点毎に、コアロス強度と膜厚を測定し、演算装置 23 でコアロス強度を膜厚で割ることにより定量化した元素分布像を取得することが可能である。

#### 【0066】

最後に、チップノイズ除去法について説明する。STEMは電子線を走査しながら2次電子検出器 20、Zコントラスト検出器 21、蛍光X線検出器 22等を用いて2次元像を得るため、高い空間分解能でいろいろな情報が得られる。しかし、走査して得る2次元像は場所によって測定した時間が少し異なる。電子線の入射強度が時間と共に変化する、チップノイズと呼ばれる現象が起きると、測定した情報（2次電子、透過電子、Zコントラスト、蛍光X線、EELSスペクトル）の強度も変化するため、得られた結果がチップノイズの影響なのか、試料からの情報なのか区別できない点が問題となっている。特に電界放射型電子線源を用いたSTEMでは、チップノイズが発生しやすい。

#### 【0067】

EELSスペクトルの測定は、2次電子検出器 20、Zコントラスト検出器 21、蛍光X線検出器 22を用いて2次電子像、Zコントラスト像、蛍光X線像を測定しながらできることに着目し、ゼロロス電子線の強度を入射電子線の強度モニターとして使用することでチップノイズを除去した。

#### 【0068】

本実施例を用いてゼロロス強度を測定する（演算装置 23 を用いて、電子線検出器のバックグラウンドとゲインを補正を行う）と同時に又は並行して、2次電子強度、Zコントラスト強度、蛍光X線強度を測定する。これらの情報を演算装置 23 を用いて、2次電子、Zコントラスト、蛍光X線の強度をゼロロス電子線強度で除算することにより、入射電子線の強度変化を除去できる。この作業を、電子線走査コイル 3 と連動して自動的に行うこと（即ち、電子線走査コイル 3 を用いて測定点に電子線を移動し、測定、演算する。次の測定点に電子線走査コイル 3 を用いて電子線を移動し測定、演算することを繰り返すように装置を制御すること）で、チップノイズの無い、2次電子像、Zコントラスト像、蛍光X線像が取得可能となる。

【0069】

本明細書で述べられている本発明の特徴を例示すると次の通りである。

【0070】

1. 電子線を発生させる電子線源と、前記電子線を走査する走査部と、試料に前記電子線を収束させる対物レンズと、前記電子線のエネルギー分光する電子分光部と、前記電子分光部により分光された前記電子線の一部または全部を検出する電子線検出部を備えた、走査透過型電子顕微鏡において、少なくとも前記電子線検出部により検出された電子線強度を用いて計算する演算装置を有し、前記電子線を前記走査部を用いて走査すると同時に、前記演算装置の計算結果を画像表示装置に表示することを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【0071】

2. 上記1. 記載の走査透過型電子顕微鏡は、ユーザーが(1)測定領域の指定→(2)元素の指定を行うことで、指定元素の元素分布像を実時間で得られることを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【0072】

3. 上記1. 記載の走査透過型電子顕微鏡は、元素のコアロスエネルギーのデータベースを有し、前記電子線検出部が2チャンネル以上で構成され、指定した元素のコアロスエネルギーを前記データベースから得たのち、前記電子分光部と前記電子線検出部を前記コアロスエネルギーの前記電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、前記走査部で前記電子線を走査すると同時に、指定元素のコアロスエネルギーの直前と直後の電子線強度を前記電子線検出部で少なくとも各1チャンネルを用いて測定し、前記演算装置を用いて、前記電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、前記コアロスエネルギー直後の電子線強度を前記コアロスエネルギー直前の電子線強度で除算し、得られた演算結果を実時間で前記画像表示装置にすることを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

## 【0073】

4. 上記1. 記載の走査透過型電子顕微鏡は、元素のコアロスエネルギーのデータベースを有し、前記電子線検出部が3チャンネル以上で構成され、指定した元素のコアロスエネルギーを前記データベースから得たのち、前記電子分光部と前記電子線検出部を前記コアロスエネルギーの前記電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、前記走査部で前記電子線を走査すると同時に、指定元素のコアロスエネルギーの直前の電子線強度を前記電子線検出部の少なくとも2チャンネルを用いて測定し、コアロスエネルギー直後の電子線強度を前記電子線検出部の少なくとも1チャンネルを用いて測定する。前記演算装置は前記電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、前記コアロスエネルギー直前の電子線強度分布から、前記コアロスエネルギー直後の電子線強度のバックグラウンドを演算し、前記コアロスエネルギー直後の電子線強度の補正を自動的に行い、得られた演算結果を実時間で前記画像表示装置にすることを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

## 【0074】

5. 上記1. 記載の透過型電子顕微鏡は、元素に特徴的なプラズモンロスエネルギーのデータベースを有し、指定した元素のプラズモンロスエネルギーを前記データベースから得たのち、前記電子分光部と前記電子線検出部を前記プラズモンロスエネルギーの前記電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、前記走査部で前記電子線を走査すると同時に、指定元素のプラズモンロスエネルギーの電子線強度を前記電子線検出部で測定し、前記演算装置を用いて、前記電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、得られた演算結果を実時間で前記画像表示装置にすることを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

## 【0075】

6. 上記5. 記載の透過型電子顕微鏡は、前記電子線検出部が2チャンネル以上で構成され、2つ以上の元素のプラズモンロスエネルギーの電子線強度を前記電子線検出部のそれぞれのチャンネルで測定し、前記演算装置を用いて、前記電子

線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、前記電子線検出部の各チャンネルの演算結果を実時間で前記画像表示装置に、指定した色の濃淡で表示すること特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【 0 0 7 6 】

7. 上記 1. 記載の透過型電子顕微鏡は、前記電子線検出部が 2 チャンネル以上で構成され、前記電子分光部と前記電子線検出部をゼロロス電子線とプラズモンロスエネルギーの前記電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、前記走査部で前記電子線を走査すると同時に、前記電子線検出部の少なくとも 1 チャンネルを用いてゼロロス電子線の強度を測定し、プラズモンロスエネルギーの電子線強度を前記電子線検出部少なくとも前記 1 チャンネルとは異なる少なくとも 1 チャンネルで測定し、前記演算装置を用いて、前記電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、前記ゼロロス電子線強度で前記プラズモンロスエネルギーの電子線強度を除算した演算結果を実時間で前記画像表示装置にすることを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【 0 0 7 7 】

8. 上記 1. 記載の透過型電子顕微鏡は、2 次電子検出部、または Z コントラスト検出部、または蛍光 X 線検出部を備え、前記電子分光部と前記電子線検出部をゼロロス電子線が検出されるように電子光学系を自動的に調整し、前記走査部で前記電子線を走査すると同時に、前記電子線検出部を用いて前記ゼロロス電子線の強度と、前記 2 次電子検出部を用いて測定した 2 次電子強度、または前記 Z コントラスト検出部を用いて測定した Z コントラスト電子線強度、または前記蛍光 X 線検出部を用いて測定した蛍光 X 線強度を測定し、前記演算装置を用いて、前記電子線検出部のバックグラウンド補正とゲイン補正を行い、前記 2 次電子強度、または Z コントラスト電子線強度、または前記蛍光 X 線強度を前記ゼロロス電子線強度で除算した演算結果を実時間で前記画像表示装置にすることを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【0078】

9. 電子線を発生させる電子線源と、前記電子線を走査する走査部と、試料に前記電子線を収束させる対物レンズと、前記電子線のエネルギー分光する電子分光部と、前記電子分光部により分光された前記電子線の一部または全部を検出する電子線検出部を備えた、走査透過型電子顕微鏡において、少なくとも前記電子線検出部により検出された電子線強度を用いて計算する演算装置を有し、前記演算装置の計算結果を画像表示装置を備え、前記電子線分光部により形成された電子線エネルギー損失スペクトルと前記電子線検出部の間に、少なくとも1つ以上の永久磁石によるレンズを備えたことを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【0079】

10. 上記9. 記載の走査透過型電子顕微鏡は、前記電子分光部が永久磁石で構成されていることを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【0080】

11. 上記9. 記載の走査透過型電子顕微鏡は、前記電子線エネルギー損失スペクトルのフォーカスが、前記電子線分光部と前記電子線検出部の間にあり、しかもX方向、Y方向とも同じ場所でフォーカスしていることを特徴する元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【0081】

12. 上記9. 記載の走査透過型電子顕微鏡は、前記電子線エネルギー損失スペクトルと前記検出部の間に拡大磁場レンズを有し、前記電子線エネルギー損失スペクトルを前記拡大磁場レンズで拡大し、前記電子線検出部に投影することを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【0082】

13. 上記12. 記載の走査透過型電子顕微鏡は、前記拡大磁場レンズが永久磁石レンズと電磁レンズで構成されていることを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【0083】

14. 上記9. 記載の走査透過型電子顕微鏡は、前記電子線エネルギー損失スペクトルの倍率が固定であることを特徴とする元素マッピング装置用エネルギーフィルタ及び、これを備えた走査透過型電子顕微鏡。

【0084】

15. 電子線を発生させる電子線源と、前記電子線を走査する走査部と、試料に前記電子線を収束させる対物レンズと、前記電子線のエネルギー分光する電子分光部と、前記電子分光部により分光された前記電子線の一部または全部を検出する電子線検出部を備えた、透過型電子顕微鏡において、上記1. から14. 記載の元素マッピング用エネルギーフィルタを備えたことを特徴とする透過型電子顕微鏡。

【0085】

以上によれば、エネルギードリフトの非常に少ない、電子エネルギー損失スペクトルが測定可能な元素マッピング装置を備えた走査透過型電子顕微鏡が実現可能となり、この装置を用いることにより、実時間で、元素マッピング像、コントラストチューニング像、膜厚マッピング像が取得可能となる。また本発明によれば、チップノイズの影響の無い、2次電子像、Zコントラスト像、蛍光X線像が取得可能となる。さらに、元素マッピング像の取得に必要な手順を測定領域の指定と測定元素を指定する2つの手順に減らすことが可能となった。

【0086】

【発明の効果】

本発明によれば、PEELSとSTEMを組み合わせた分析装置で実時間で元素分布像を取得可能な装置および方法を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の実施例の主要部分の概略構成図。

【図2】

元素マッピング像を得るための処理の一例を示す図。

【図 3】

EELS スペクトルの 2 次収差の一例を示す図。

【図 4】

コアロス電子の EELS スペクトルの一例を示す図。

【図 5】

プラズモンロス電子の EELS スペクトルの一例を示す図。

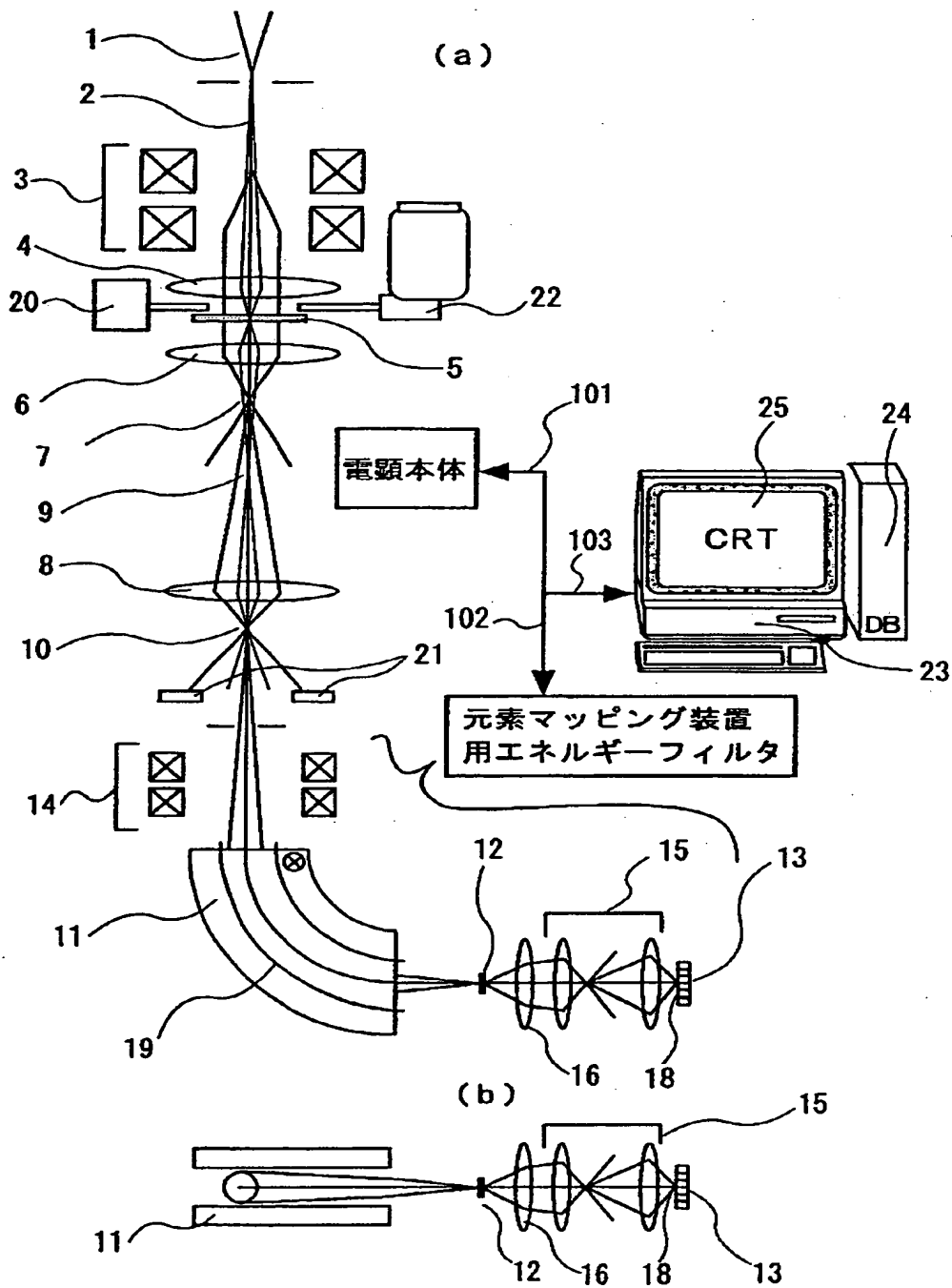
【符号の説明】

1…電子線源、2…電子線、3…電子線走査コイル、4…対物レンズ上部磁場、5…試料、6…対物レンズ下部磁場、7…走査物点、8…結像レンズ、9…像物点、10…物点、11…電子分光装置、12…エネルギー分散面、13…電子線検出器、14…6重極電磁レンズ、15…拡大磁場レンズ、16…フォーカス調整用電磁レンズ、18…EELS スペクトル、19…加速管、20…2次電子検出器、21…Zコントラスト検出器、22…蛍光 X 線検出器、23…演算装置、24…データベース、25…画像表示装置、26…2次収差像、27…コアロスピーク、28…プレウィンドウ、29…ポストウィンドウ、30…プレ1ウィンドウ、31…プレ2ウィンドウ、32…バックグラウンド、33…プラズモンロスピーク、34…シリコンのプラズモンロスピーク、35…窒化シリコンのプラズモンロスピーク、36…酸化シリコンのプラズモンロスピーク、37…ゼロロスピーク、38…Si ウィンドウ、39…SiN ウィンドウ、40…SiO ウィンドウ、41…プラズモンロスウィンドウ、42…ゼロロスウィンドウ。

【書類名】 図面

【図 1】

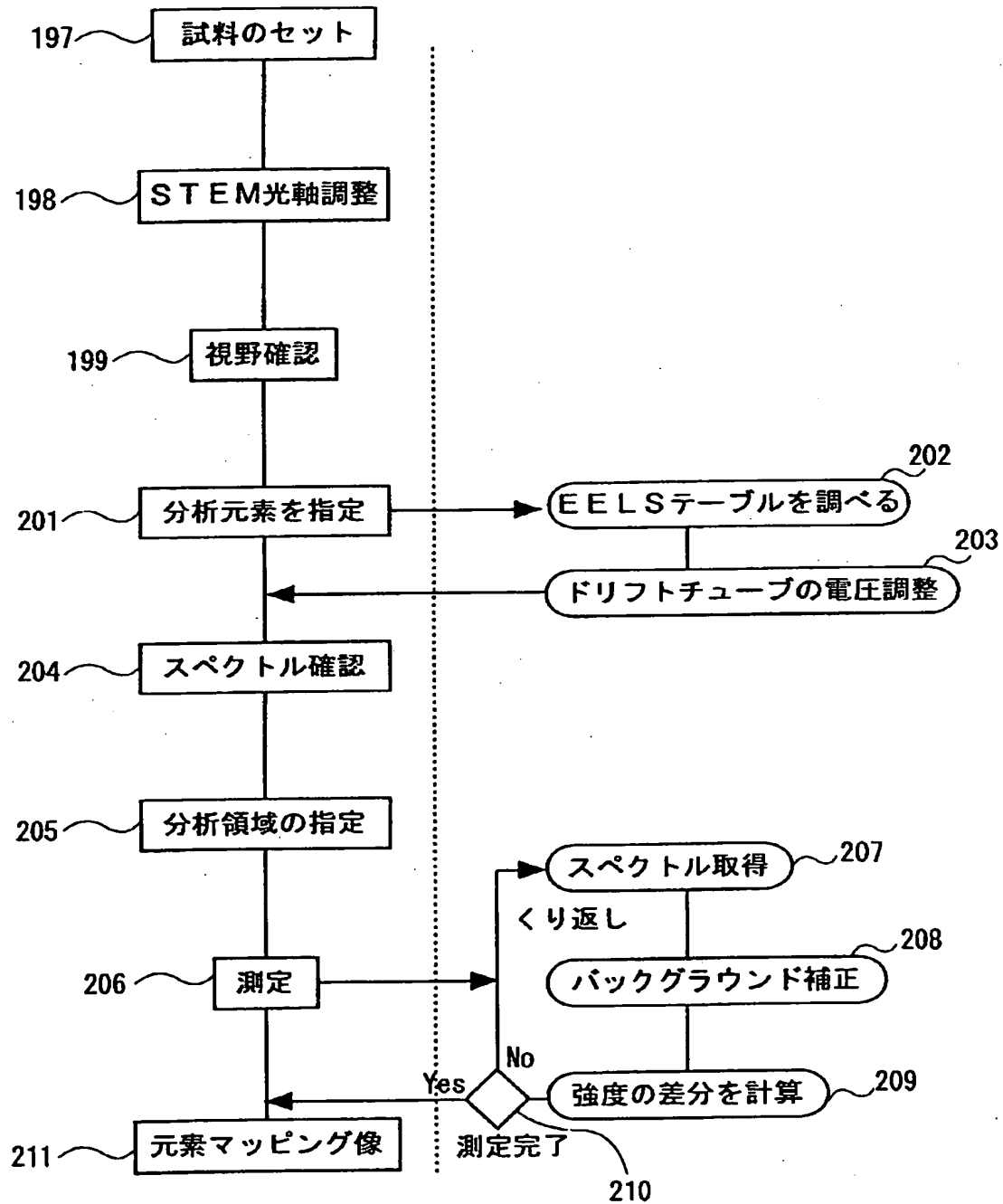
図 1





【図 2】

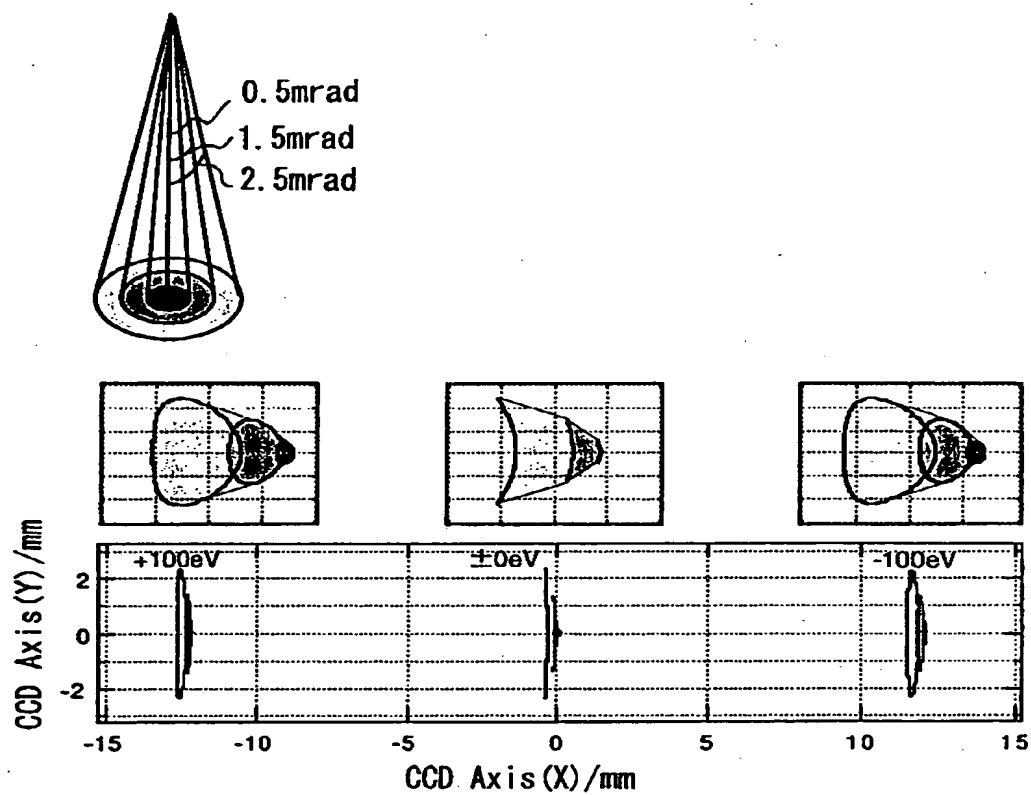
図 2



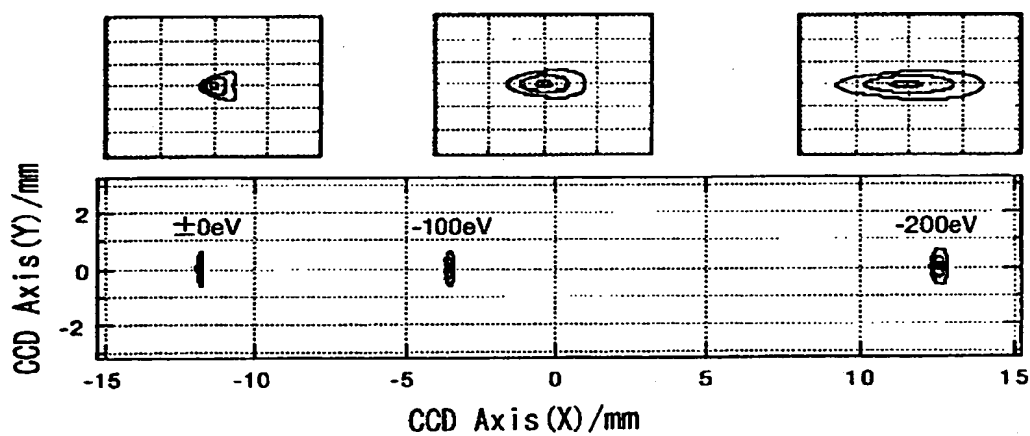
【図 3】

図 3

(a)



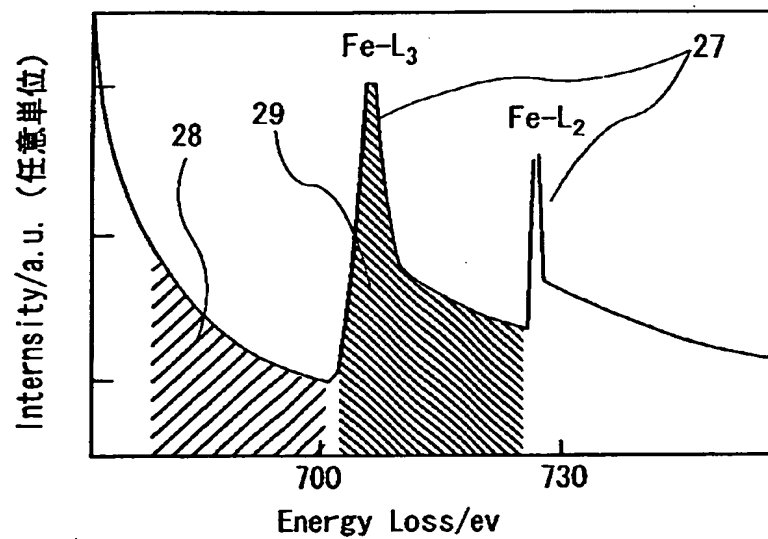
(b)



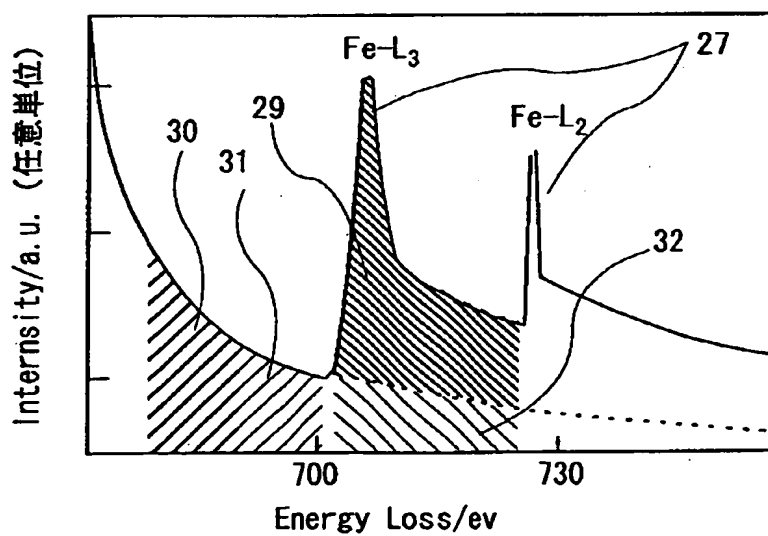
【图 4】

图 4

(a)



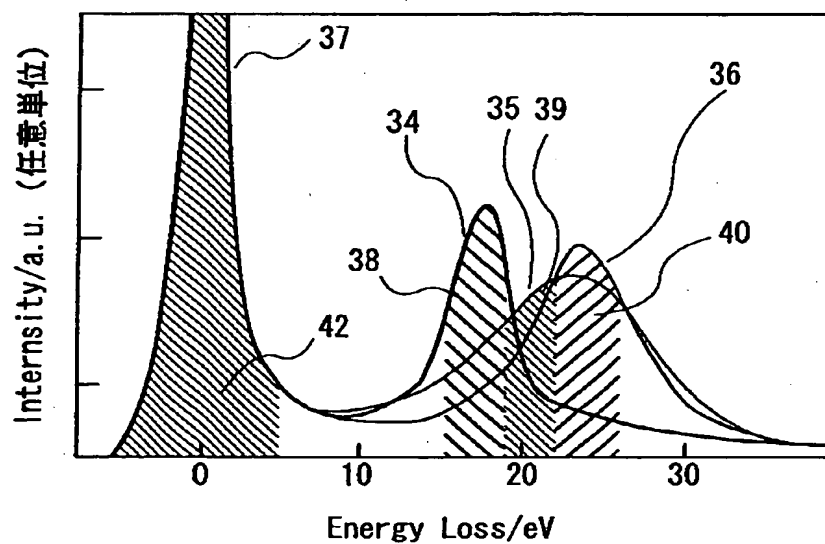
(b)



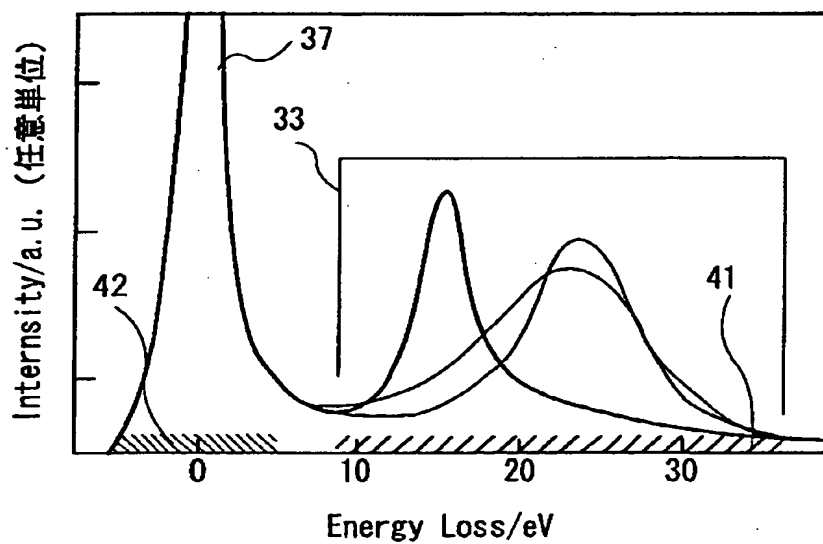
【図 5】

図 5

(a)



(b)



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

測定領域と測定元素を指定すると、実時間で元素マッピング像を取得できる元素マッピング装置を備えた走査透過型電子顕微鏡を提供すること。

【解決手段】

電子線源と、電子線走査コイルと、対物レンズと結像レンズ、6重極電磁レンズ、電子分光器と、拡大磁場レンズ、電子線検出器を備えた、走査透過型電子顕微鏡において、電子分光器と拡大磁場レンズが永久磁石で構成されている。

【効果】

エネルギースペクトルのドリフトが小さくなり、コアロス、プラズマロスのエネルギー、EELS測定条件等をデータベースから取得し、測定領域と測定元素を指定することで、実時間で、EELSの計測し元素マッピング像を取得することが可能となった。

【選択図】 図1

認定・付加情報

|         |                    |
|---------|--------------------|
| 特許出願の番号 | 平成11年 特許願 第000098号 |
| 受付番号    | 59900000277        |
| 書類名     | 特許願                |
| 担当官     | 第一担当上席 0090        |
| 作成日     | 平成11年 1月23日        |

<認定情報・付加情報>

|       |             |
|-------|-------------|
| 【提出日】 | 平成11年 1月 4日 |
|-------|-------------|

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005108]

1. 変更年月日 1990年 8月31日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地  
氏 名 株式会社日立製作所

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**